

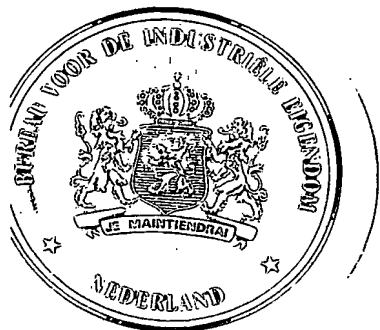
PCT/NL 2004 / 0 0 0 4 6 9

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN

Bureau voor de Industriële Eigendom



REC'D 10 SEP 2004

WIPO

PCT

Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 17 juli 2003 onder nummer 1023941,

ten name van:

**DSM IP ASSETS B.V.**

te Heerlen

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:

"Werkwijze voor het bereiden van ureum granules",

en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 12 augustus 2004

De Directeur van het Bureau voor de Industriële Eigendom,  
voor deze,

mr. I.W. van der Eijk

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

17-03:13:16

131484/60011/F

**B. v.d. I.E.**  
**17 JUL 2003**

UITTREKSEL

- Werkwijze voor het bereiden van ureum granules in een fluid-bed granulator, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven
- 5 zich het fluid-bed bevindt en sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid op of over de in het fluid-bed aanwezige ureumdeeltjes, die in beweging worden gehouden door fluidisatielucht, waarbij de fluidisatielucht zeer fijn verneveld water bevat en de ureumconcentratie in de ureumsmelt hoger is dan 97 gew.%.

PN21457

- 1 -

WERKWIJZE VOOR HET BEREIDEN VAN UREUM GRANULES

5

De uitvinding betreft een werkwijze voor het bereiden van ureum granules in een fluid-bed granulator, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven zich het fluid-bed bevindt en sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid op of over de in het fluid-bed aanwezige ureumdeeltjes, die in beweging worden gehouden door fluidisatielucht.

10

Een dergelijke werkwijze is beschreven in 'Granulate in Fluid bed', Hydrocarbon Processing, September 1981, blz. 203-208.

15

In deze publicatie is een werkwijze voor de bereiding van ureum granules in een fluid-bed beschreven, waarbij een ureumoplossing met een concentratie van 95-97 gew.% wordt versproeid. Dit houdt in dat de ureumoplossing nog veel water omvat. Dit water zorgt voor koeling tijdens de granulatie.

20

Deze werkwijze heeft als belangrijk nadeel dat bij het verdampen van het aanwezige water vanuit de ureumsmelt relatief veel fijn ureumstof ontstaat dat met de fluidisatielucht uit het fluidbed geblazen wordt. Zowel uit economische overwegingen, als ook ter bescherming van het milieu is het wenselijk deze ureum terug te winnen uit het afgas.

Het doel van de uitvinding is een werkwijze te ontwikkelen die dit nadeel niet vertoont.

25

De uitvinding wordt gekenmerkt doordat de fluidisatielucht zeer fijn verneveld water bevat en dat de ureumconcentratie in de ureumsmelt hoger is dan 97 gew.%.

Hierdoor wordt bereikt dat het water zeer snel kan verdampen, waardoor de gewenste koeling door verdampen van water wordt bereikt zonder dat grote hoeveelheden fijn stof gevormd worden.

30

De uitvinding heeft tevens als voordeel dat het water op diverse plaatsen in de granulator kan worden ingevoerd, waardoor de optimale plaats voor de verneveling van water in de fluidisatielucht vrij kan worden gekozen.

De werkwijze volgens de uitvinding omvat het bereiden van ureum granules in een fluid-bed granulator.

35

Een dergelijke granulator omvat een invoer voor fluidisatielucht. De fluidisatielucht wordt gebruikt om de deeltjes, waaruit het fluidbed bestaat, zwevend te

houden. De fluidisatielucht wordt onder de verdeelplaat in de granulator ingevoerd en aan de bovenzijde van de granulator, al dan niet na filtering, weer afgevoerd. De snelheid van de fluidisatielucht in het fluidbed ligt normaliter tussen 1,5 en 4 m/s.

Een verdeelplaat bevindt zich in de granulator. Hierboven bevindt  
5 zich het fluid-bed van ureumdeeltjes. Vanuit sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht wordt ureumsmelt versproeid op of over de in het fluid-bed aanwezige ureumdeeltjes, die in beweging worden gehouden door fluidisatielucht. Als de sproeiers van waaruit de ureumsmelt wordt versproeid, kunnen alle hiervoor geschikte sproeiers worden toegepast. Voorbeelden van dergelijke sproeiers zijn de sproeiers die  
10 beschreven zijn in bovenstaand artikel uit Hydrocarbon Processing en in US-4,619,843. De sproeiers voor de ureumsmelt maken gebruik van een luchtstroom in de sproeier zelf voor het versproeien van de smelt.

Het aantal sproeiers voor het versproeien van de ureumsmelt kan variëren van bijvoorbeeld 5 tot 25 per m<sup>2</sup> verdeelplaat.

15 Aan de fluid-bed granulator, wordt onder de verdeelplaat fluidisatielucht ingebracht via één of meerdere toevoerleidingen. De fluidisatielucht in de granulator bevat zeer fijn verneveld water, dat aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd. Dit toevoegen kan op verschillende plaatsen en ook op verschillende manieren in de granulator plaatsvinden.

20 Het fijn vernevelde water kan bijvoorbeeld onder de verdeelplaat aan de fluidisatielucht worden toegevoegd. Dit kan door het plaatsen van sproeiers in de onderzijde van de granulator, maar ook door het vernevelen van water in de toevoerleidingen van de fluidisatielucht.

Ook kan het water ter hoogte van de verdeelplaat of vlak boven de  
25 verdeelplaat aan de fluidisatielucht worden toegevoegd. Bij voorkeur wordt het water 0-50 cm boven de verdeelplaat aan de fluidisatielucht toegevoegd; met meer voorkeur 5-15 cm boven de verdeelplaat. Het water kan ook aan de fluidisatielucht toegevoegd worden door verneveling uit sproeiers in de verdeelplaat.

Met de meeste voorkeur wordt het water aan de fluidisatielucht  
30 toegevoegd door verneveling van water in één of meer toevoerleidingen van fluidisatielucht. Dit gebeurt door verneveling van het water uit één of meer sproeiers in de toevoerleiding. Bij voorkeur is dit één sproeier welke in het centrum van de invoerleiding wordt geplaatst.

De sproeiers worden bij voorkeur geplaatst op enkele meters van de  
35 uitstroom van de toevoerleiding in de granulator.

Indien het water wordt versproeid in één of meer toevoerleidingen van fluidisatielucht kan het vernevelde water zeer homogeen in de granulator worden verdeeld met gebruikmaking van zo weinig mogelijk sproeiers.

5 Voor het versproeien van water worden sproeiers toegepast die het water zeer fijn kunnen vernevelen. Bij voorkeur wordt het water zo verneveld dat de maximale druppelgrootte van het vernevelde water kleiner is dan 50 µm; met meer voorkeur kleiner dan 40 µm en met de meeste voorkeur kleiner dan 20 µm.

10 Hoe kleiner de waterdruppels, hoe sneller de verdamping van het water tijdens het granuleren verloopt, hoe effectiever de koeling. Een effectieve koeling tijdens granulatie heeft tot gevolg dat ofwel de granulator kleiner kan worden uitgevoerd, ofwel dat de doorzet van de granulator wordt verhoogd. Het is volgens de werkwijze van de uitvinding mogelijk om in een granulator van dezelfde grootte 10-50 gew.% meer ureumgranulaat te produceren.

15 Als sproeiers voor het versproeien van het water kunnen alle mogelijke sproeiers worden toegepast, indien de maximale druppelgrootte van het vernevelde water maar kleiner is dan 50 µm. Voorbeelden van dergelijke sproeiers zijn tweefase sproeiers en sonische sproeiers. Verder kan het zogenaamde flashen van water dat zich boven het kookpunt bevindt worden toegepast voor het vernevelen van het water.

20 Het water wordt normaliter versproeid met een temperatuur tussen 0 en 150 °C, bij voorkeur tussen 15 en 50 °C en bij een druk tussen 0,2 en 5,0 MPa.

25 De ureumconcentratie in de ureumsmelt is hoger dan 97 gew.%; bij voorkeur hoger dan 98 gew.%. Een hoge ureumconcentratie in de smelt heeft als voordeel dat er ureumgranulaat wordt gevormd met een watergehalte dat zeer laag is, waardoor het bakgedrag (het aan elkaar kleven van ureumgranulaat) sterk verbetert. Het ureumgranulaat bevat maximaal 0,3 gew.% water.

De fluidisatielucht die de granulator verlaat bevat minder dan 2 gew.% ureumstof ten opzichte van de aan de granulator toegevoerde hoeveelheid smelt.

30 De uitvinding heeft tevens betrekking op een granulator voor de granulatie van ureum, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven zich het fluid-bed bevindt en sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid.

35 Een dergelijke granulator is beschreven in 'Granulate in Fluid bed', Hydrocarbon Processing, September 1981, blz. 203-208.

In de granulator volgens de stand der techniek wordt een ureumsmelt

versproeid met een concentratie van 95-97 gew.%. Indien de ureum concentratie van de smelt toeneemt, neemt de capaciteit van de granulator af.

Er is nu verrassenderwijs gevonden dat een ureumsmelt met een ureumconcentratie hoger dan 97 gew.% versproeid kan worden in een dergelijke granulator, zonder dat de capaciteit afneemt.

Dit is mogelijk indien de granulator sproeiers omvat die onder, in of boven de verdeelplaat zijn aangebracht van waaruit water wordt verneveld in de fluidisatielucht. Het is in een dergelijke granulator zelfs mogelijk de capaciteit te verhogen bij het versproeien van een ureumsmelt met een ureumconcentratie hoger dan 97 gew.%.

Het versproeien van water kan op verschillende plaatsen en ook op verschillende manieren in de granulator plaatsvinden.

Het fijn vernevelde water kan bijvoorbeeld onder de verdeelplaat aan de fluidisatielucht worden toegevoegd. Dit kan door het plaatsen van sproeiers in de onderzijde van de granulator, maar ook door het vernevelen van water in de toevoerleidingen van de fluidisatielucht.

Ook kan het water ter hoogte van de verdeelplaat of vlak boven de verdeelplaat aan de fluidisatielucht worden toegevoegd. Bij voorkeur wordt het water 0-50 cm boven de verdeelplaat aan de fluidisatielucht toegevoegd; met meer voorkeur 5-15 cm boven de verdeelplaat. Het water kan ook aan de fluidisatielucht toegevoegd worden door verneveling uit sproeiers in de verdeelplaat.

Met de meeste voorkeur wordt het water aan de fluidisatielucht toegevoegd door verneveling van water in één of meer toevoerleidingen van fluidisatielucht.

Dit gebeurt door verneveling van het water uit één of meer sproeiers in de toevoerleiding. De sproeiers worden bij voorkeur geplaatst op enkele meters van de uitstroom van de toevoerleiding in de granulator.

Als sproeiers voor het versproeien van het water kunnen de sproeiers zoals hierboven besproken worden toegepast.

De sproeiers voor het vernevelen van water kunnen worden aangebracht indien een granulator nieuw wordt gebouwd, maar kunnen ook worden bijgeplaatst bij het revampen van een reeds bestaande granulator.

Een voordeel van het revampen van een bestaande granulator volgens de werkwijze van de uitvinding is dat de capaciteit van de bestaande granulator verhoogd kan worden bij een hoge ureumconcentratie in de ureumsmelt.

De uitvinding wordt hierna toegelicht aan de hand van de voorbeelden, zonder zich hiertoe te beperken.

Voorbeeld I

5 Een fluidbed granulator is verdeeld in een granulatiesectie en een koelingssectie. Aan beide secties wordt fluidisatielucht toegevoerd.

Ureum kiemdeeltjes worden toegevoerd aan het eerste compartiment van de granulatiesectie. Hierna worden de ureumdeeltjes besproeid met ureumsmelt. Tijdens het verblijf in de granulator groeien de deeltjes tot granules van de vereiste  
10 diameter.

Het product wordt vervolgens gekoeld in de koelingssectie en daarna via zeping gescheiden in drie deelfracties: grof, gewenst en fijn.

Het gewenste product, ureum granules met de gewenste grootte, wordt naar de opslag getransporteerd. Het grove product wordt na breking samen met  
15 het fijne product teruggevoerd naar het eerste compartiment van de granulatiesectie, waar het wordt toegevoerd als ureum kiemdeeltjes.

Aan een fluidbed granulator werd een stroom kiemdeeltjes van in het eerste compartiment van de granulatiesectie toegevoerd met een debiet van 7000 kg/uur. Deze deeltjes werden besproeid met ureumsmelt van 140 °C, debiet 15861  
20 kg/uur, die via meerdere sproeiers werd versproeid. Voor het versproeien van de ureumsmelt was 6979 kg lucht van 140 °C per uur nodig. De ureumsmelt bevatte 98,5 gew.% water. De temperatuur van het fluidbed bedroeg 105 °C.

Het debiet van de fluidisatielucht van 36 °C tijdens granulatie bedroeg 36990 kg/uur. Aan de fluidisatielucht voor de granulatiesectie werd 350 kg/uur water  
25 toegevoerd door verneveling van water in de toevoerleiding van de fluidisatielucht. Zo werd ca. 2,5 gew.% water ten opzichte van de hoeveelheid ureumsmelt toegevoegd.

De druppelgrootte van het water was kleiner dan 20 µm.

Nadat de granules de koelingssectie (debiet lucht 23309 kg/uur; 36  
30 °C) waren gepasseerd werd een productstroom verkregen van 24434 kg/uur.

Na zeping werd 15120 kg/uur gewenst eindproduct verkregen, een stroom grof product van 1815 kg/uur en een stroom fijn product van 5600 kg/uur. Deze beide laatste stromen werden teruggevoerd naar het eerste compartiment van de granulatiesectie.

**Vergelijkend Experiment A**

5       Ureum werd gegraneleerd zoals beschreven in vergelijkend experiment A, maar dan zonder toevoeging van water.

Onder dezelfde condities werd nu 12238 kg ureumsmelt/ uur toegevoerd. Voor het versproeien van de ureumsmelt was nu 5385 kg lucht /uur nodig.

10       De hoeveelheid en de temperatuur van de fluidisatielucht, alsmede de hoeveelheid en de temperatuur van de lucht naar de koelingssectie zijn onveranderd ten opzichte van voorbeeld I. Evenals in voorbeeld I werd een fluidisatietemperatuur van 105 °C bereikt.

Nadat de granules de koelingssectie waren gepasseerd werd een productstroom verkregen van 18854 kg/uur.

15       Na zeping werd 11667 kg/uur gewenst eindproduct verkregen, een stroom grof product van 1400 kg/uur en een stroom fijn product van 5600 kg/uur. Deze beide laatste stromen werden teruggevoerd naar het eerste compartiment van de granulatiesectie.

De hoeveelheid gewenst eindproduct is ca. 30 gew.% minder dan volgens de werkwijze in Voorbeeld I.



CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van ureum granules in een fluid-bed granulator, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven zich het fluid-bed bevindt en sproelers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid op of over de in het fluid-bed aanwezige ureumdeeltjes, die in beweging worden gehouden door fluidisatielucht, met het kenmerk, dat de fluidisatielucht zeer fijn verneveld water bevat en dat de ureumconcentratie in de ureumsmelt hoger is dan 97 gew.%.  
5
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de fluidisatielucht 0,0001-10 gew.% water ten opzichte van de hoeveelheid versproeide ureumsmelt bevat.  
10
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat het water onder de verdeelplaat aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd.  
15
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, met het kenmerk, dat het water in één of meer toevoerleidingen van fluidisatielucht aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-4, met het kenmerk, dat het water aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd door verneveling uit één of meer sproelers in de toevoerleiding.  
20
6. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat het water ter hoogte van de verdeelplaat of vlak boven de verdeelplaat aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd.
- 25 7. Werkwijze volgens conclusie 6, met het kenmerk, dat het water 0-50 cm boven de verdeelplaat aan de fluidisatielucht wordt toegevoegd.
8. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het kenmerk, dat de maximale druppelgrootte van het vernevelde water kleiner is dan 50 µm.
9. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het kenmerk, dat de maximale druppelgrootte van het vernevelde water kleiner is dan 40 µm.  
30
10. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het kenmerk, dat de maximale druppelgrootte van het vernevelde water kleiner is dan 20 µm.
11. Werkwijze volgens een der conclusies 1-10, met het kenmerk, dat de ureumconcentratie in de ureumsmelt hoger is dan 98 gew.%.  
35

12. Werkwijze volgens een der conclusies 1-11, met het kenmerk, dat in de fluidisatielucht die de granulator verlaat de totale hoeveelheid ureumstof minder is dan 2 gew.% van de aan de granulator toegevoerde hoeveelheid smelt.
- 5
13. Granulator voor de granulatie van ureum, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven zich het fluid-bed bevindt en sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid, met het kenmerk, dat de granulator sproeiers omvat die
- 10 onder, in of boven de verdeelplaat zijn aangebracht van waaruit water wordt verneveld in de fluidisatielucht.
14. Granulator volgens conclusie 13, met het kenmerk, dat de sproeiers tweefasen sproeiers zijn of sonische sproeiers.
15. Granulator volgens conclusie 13 of 14, met het kenmerk, dat de sproeiers zijn aangebracht in één of meer toevoerleidingen voor de fluidisatielucht.
- 15
16. Werkwijze voor het revampen van een granulator voor de granulatie van ureum, omvattende een invoer voor fluidisatielucht, een verdeelplaat waarboven zich het fluid-bed bevindt en sproeiers die in de verdeelplaat zijn aangebracht, waaruit de ureumsmelt wordt versproeid, met het kenmerk, dat
- 20 onder, in of boven de verdeelplaat sproeiers worden aangebracht van waaruit water wordt verneveld in de fluidisatielucht.
17. Werkwijze volgens conclusie 16, met het kenmerk, dat de sproeiers zijn aangebracht in één of meer toevoerleidingen voor de fluidisatielucht.